



02/00
1709

0420
MICA

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Kohei ABUKAWA

Appln. No.: 09/821,020

Group Art Unit: Unassigned

Confirmation No.: Unassigned

Examiner: Unassigned

Filed: March 30, 2001

For: SILICON NITRIDE MEMBER, METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME,
AND CUTTING TOOL

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENTS

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

Submitted herewith are certified copies of the priority documents on which claims to
priority was made under 35 U.S.C. § 119. The Examiner is respectfully requested to
acknowledge receipt of said priority documents.

Respectfully submitted,

Abraham J. Rosner
Registration No. 33,276

SUGHRUE, MION, ZINN,
MACPEAK & SEAS, PLLC
2100 Pennsylvania Avenue, N.W.
Washington, D.C. 20037-3213
Telephone: (202) 293-7060
Facsimile: (202) 293-7860

Enclosures: Japanese Appln. No. 2000-097741
Japanese Appln. No. 2001-013260
Japanese Appln. No. 2001-063490

Date: May 7, 2001

1762
#2
Q7
8/23/01

RECEIVED
JUL-8 2001
TC 1700 MAIL ROOM



日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2001年 3月 7日

出 願 番 号
Application Number:

特願2001-063490

出 願 人
Applicant (s):

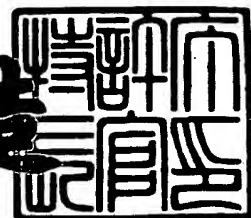
日本特殊陶業株式会社

RECEIVED
JUN-8 2001
TC-1700 MAIL ROOM

2001年 3月30日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3025082

【書類名】 特許願

【整理番号】 PI961NGK

【提出日】 平成13年 3月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C22C 29/00

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町 1 4 番 1 8 号 日本特殊
陶業株式会社内

【氏名】 虻川 宏平

【特許出願人】

【識別番号】 000004547

【氏名又は名称】 日本特殊陶業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100082500

【弁理士】

【氏名又は名称】 足立 勉

【電話番号】 052-231-7835

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000- 97741

【出願日】 平成12年 3月31日

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2001- 13260

【出願日】 平成13年 1月22日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 007102

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

特 2 0 0 1 - 0 6 3 4 9 0

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9902936

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒化珪素質部材及びその製造方法並びに切削工具

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 窒化珪素質材料が焼結された基材の表面に、硬質膜が被覆された窒化珪素質部材において、

前記硬質膜を被覆する前の強度を 1 0 0 %とした場合に、前記硬質膜を被覆した後の強度が 7 0 ～ 9 5 %であることを特徴とする窒化珪素質部材。

【請求項 2】 前記基材の焼結前後の重量変化が、 1 . 5 ～ 3 . 5 重量%であることを特徴とする前記請求項 1 に記載の窒化珪素質部材。

【請求項 3】 窒化珪素質材料が焼結された基材の表面に、硬質膜が被覆された窒化珪素質部材において、

前記基材の中心部の粒界相量を 1 0 0 体積%とした場合に、下記①～⑤の条件のうち、少なくとも 1 つの条件を満たしていることを特徴とする窒化珪素質部材。

- ①基材の表面から深さ 1 0 0 μ m の位置近傍の粒界相量が 3 0 体積%未満
- ②基材の表面から深さ 2 0 0 μ m の位置近傍の粒界相量が 3 0 ～ 5 0 体積%
- ③基材の表面から深さ 3 0 0 μ m の位置近傍の粒界相量が 5 0 ～ 7 0 体積%
- ④基材の表面から深さ 4 0 0 μ m の位置近傍の粒界相量が 7 0 ～ 8 5 体積%
- ⑤基材の表面から深さ 5 0 0 μ m の位置近傍の粒界相量が 8 5 ～ 1 0 0 体積%

【請求項 4】 前記基材の焼結前後の重量変化が、 1 . 5 ～ 3 . 5 重量%であることを特徴とする前記請求項 3 に記載の窒化珪素質部材。

【請求項 5】 前記請求項 2 又は 4 に記載の窒化珪素質部材の製造方法であって、

前記基材を焼結する際の条件を調節して、前記基材の焼結前後の重量変化を 1 . 5 ～ 3 . 5 重量%としたことを特徴とする窒化珪素質部材の製造方法。

【請求項 6】 2 ～ 6 気圧の加圧窒素雰囲気下にて、 1 8 0 0 ～ 1 9 0 0 ℃の温度範囲で、 6 0 ～ 1 8 0 分間加熱した後に、 1 5 5 0 ～ 1 6 5 0 ℃の温度範囲まで降温し、 1 3 K P a 以下の減圧雰囲気下で、 6 0 ～ 1 8 0 分間保持することを特徴とする前記請求項 5 に記載の窒化珪素質部材の製造方法。

【請求項 7】 前記請求項 1～4 のいずれかに記載の窒化珪素質部材から構成されたことを特徴とする切削工具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、窒化珪素質材料が焼結された基材の表面に硬質膜が被覆された窒化珪素質部材及びその製造方法並びに切削工具に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来より、セラミックスを始めとする焼結部材においては、その耐磨耗性を向上させる技術として、例えば窒化珪素質の焼結部材の基材の表面に、TiCN等の硬質成分からなる硬質膜を被覆する方法が知られている。

【0003】

この被覆方法としては、例えば硬質成分を基材表面に蒸着することによって、基材表面に硬質膜を被覆するCVD法やPVD法が知られている。

そして、実際に、硬質膜を被覆した焼結部材を、例えば切削工具として用いた場合には、その切削工具（被覆工具）には耐磨耗性の著しい向上が見られた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、近年の被覆工具の使用用途は、より切削負荷の大きい重切削へと移行しつつあり、被覆工具においても、本来要求されてきた高い耐磨耗性以外にも、一定レベル以上の耐欠損性が要求されるようになっている。

【0005】

ところが、上述したCVD法やPVD法の場合には、両方とも高温において硬質成分を蒸着させる方法であるので、硬質膜と基材の熱膨張率に起因する基材表面への応力の残留や、高温時における基材表面の改質が問題となり、基材そのものにおける強度と比較して、硬質膜を被覆した基材の強度が低下してしまうという問題があった。

【0006】

本発明は、上記の問題点を鑑みてなされたものであり、基材に硬質膜を被覆した場合でも強度低下が少なく、耐欠損性及び耐摩耗性に優れた窒化珪素質部材及びその製造方法並びに切削工具を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、窒化珪素質部材に関して、基材に硬質膜（コーティング膜）を被覆した状態においても、基材そのものの強度と比較して、強度低下を最小限とするための研究を行い、以下の知見を得た。

【0008】

焼結によって得られる窒化珪素質部材（焼結部材）において、強度低下が生じる主たる要因は、基材表面への引張応力の残留である。これは、高温にて硬質膜を被覆した後、冷却する際に生じる硬質膜（熱膨張率大）と基材（熱膨張率小）の熱膨張率の相違によるものである。

【0009】

また、窒化珪素質部材において、焼結技術の進歩や耐摩耗性改善を目的に、焼結助剤を減ずるのが近年の傾向となっており、特に基材表面の熱膨張率は低い値となっている。そのため、硬質膜として、一般的な Al_2O_3 や $TiCN$ 等を被覆した場合には、基材と硬質膜の熱膨張率の相違は一層顕著となる。

【0010】

つまり、基材と硬質膜の熱膨張率の相違が大きくなればなるほど、基材表面に残留する引張応力が大きくなって、強度が低下するので、基材と硬質膜の熱膨張差をできるだけ小さくすることが重要となる。

従って、基材と硬質膜の熱膨張差を可能な限り小さくするためには、窒化珪素質部材においては、焼結助剤を大量に添加した組成にするか、又は、前述の低焼結助剤系組成にて、その焼結条件を最適化することにより、図1に模式的に示す基材表面の粒界相（窒化珪素粒子の表面に形成された焼結助剤のガラス質相）を、極力揮発させないようにする対策が考えられる。

【0011】

しかしながら、焼結助剤の大量の添加や粒界相の揮発抑制により、粒界相量を

増加させると、熱膨張率差は低減するが、基材そのものの耐摩耗性が低下し、し
いては、硬質膜を被覆しても良好な耐摩耗性が得られず、被覆本来の効果が得ら
れない。

【 0 0 1 2 】

従って、硬質膜を被覆した窒化珪素質部材において、良好な耐摩耗性を維持し
つつ、一定レベル以上の耐欠損性を維持するためには、基材を焼結する際に生じ
る基材表面の粒界相の揮発をコントロールし、適正な粒界相量とすることが重要
であることが分かり、この知見に基づいて本発明を完成した。

【 0 0 1 3 】

以下、各請求項毎に説明する。

(1) 請求項 1 の発明は、窒化珪素質材料が焼結された基材の表面に、硬質膜
が被覆された窒化珪素質部材において、前記硬質膜を被覆する前の強度を 1 0 0
%とした場合に、前記硬質膜を被覆した後の強度が 7 0 ～ 9 5 %であることを特
徴とする窒化珪素質部材を要旨とする。

【 0 0 1 4 】

本発明では、硬質膜を被覆する前の（基材の）強度を 1 0 0 %とした場合に、
硬質膜を被覆した後の（窒化珪素質部材の）強度が 7 0 ～ 9 5 %である。つまり
、硬質膜を被覆した後も、後の実験例で示す様に、曲げ強度は例えば 8 0 0 MP
a 以上の高い値を有している。

【 0 0 1 5 】

つまり、本発明の窒化珪素質部材は、従来品と比べて高い強度を有しているの
で、耐欠損性に優れており、しかも、硬質膜を被覆しているので、耐摩耗性にも
優れている。即ち、本発明では、耐摩耗性及び耐欠損性共に優れているので、例
えば切削工具の材料として好適である。

【 0 0 1 6 】

(2) 請求項 2 の発明は、前記基材の焼結前後の重量変化が、 1 . 5 ～ 3 . 5 重
量%であることを特徴とする前記請求項 1 に記載の窒化珪素質部材を要旨とする
。

基材の焼結前後の重量変化が 1 . 5 重量%未満の領域では、強度低下はそれほ

ど大きくは無いが、例えば実用的に望ましい耐磨耗性が得られないので、好ましくない。また、重量変化が3.5重量%を超える領域では、被覆後の強度低下が大きいので、好ましくない。

【0017】

つまり、本発明では、基材の焼結前後の重量変化が1.5～3.5重量%であるので、高い強度（従って高い耐欠損性）及び高い耐磨耗性を有しており、例えば切削工具として望ましいものである。

尚、前記基材の焼結前後の重量変化とは、いわゆる揮発率であり、ここでは、重量変化（揮発率）は、焼結前の脱脂体重量と1次焼結体重量の差を、1次焼結体重量で除したもので示される。

【0018】

（3）請求項3の発明は、窒化珪素質材料が焼結された基材の表面に、硬質膜が被覆された窒化珪素質部材において、前記基材の中心部の粒界相量を100体積%とした場合に、下記①～⑤の条件のうち、少なくとも1つの条件を満たしていることを特徴とする窒化珪素質部材を要旨とする。

【0019】

- ①基材の表面から深さ100 μ mの位置近傍の粒界相量が30体積%未満
- ②基材の表面から深さ200 μ mの位置近傍の粒界相量が30～50体積%
- ③基材の表面から深さ300 μ mの位置近傍の粒界相量が50～70体積%
- ④基材の表面から深さ400 μ mの位置近傍の粒界相量が70～85体積%
- ⑤基材の表面から深さ500 μ mの位置近傍の粒界相量が85～100体積%

本発明では、基材の中心部の粒界相量を100体積%とした場合に、基材の表面（いわゆる焼結肌）から所定の深さの位置近傍（即ち基材の表面部）における領域の粒界相量が上述した所定の体積%である。つまり、粒界相量は深さ500 μ m程度まで連続的に変化する傾向がある。

【0020】

この構成を有する窒化珪素質部材は、前記請求項1に示す様に、従来品と比べて高い強度（従って高い耐欠損性）及び高い耐磨耗性を有しているので、例えば切削工具に用いると好適である。

尚、粒界相量は、例えば走査型電子顕微鏡写真（SEM写真）に対する画像分析により、例えば画像全体に対する粒界相の割合などから求めることができる。

【0021】

また、前記基材の中心部としては、例えば基材の重心から半径500 μ mの範囲（重心近傍）を採用できるが、基材の重心が望ましい。更に、基材の表面から所定深さ α （例えば300 μ m）の位置近傍としては、基材表面から深さ α （例えば300 μ m）の位置を中心に、 $\pm 50\mu$ mの厚みの範囲を採用できるが、深さ α （例えば300 μ m）の位置が望ましい。

【0022】

（4）請求項4の発明は、前記基材の焼結前後の重量変化が、1.5～3.5重量%であることを特徴とする前記請求項3に記載の窒化珪素質部材を要旨とする。

本発明は、前記請求項2と同様に、基材の焼結前後の重量変化が1.5～3.5重量%であるので、高い強度（従って高い耐欠損性）及び高い耐磨耗性を有しており、例えば切削工具として望ましいものである。

【0023】

（5）請求項5の発明は、前記請求項2又は4に記載の窒化珪素質部材の製造方法であって、前記基材を焼結する際の条件を調節して、前記基材の焼結前後の重量変化を1.5～3.5重量%としたことを特徴とする窒化珪素質部材の製造方法を要旨とする。

【0024】

本発明では、窒化珪素質材料からなる基材を焼結する際に、その焼結条件を調節して、焼結前後の重量変化を1.5～3.5重量%としているので、その後、基材表面に硬質膜を被覆して窒化珪素質部材とした場合には、基材と硬質膜との熱膨張率の差が少ない。

【0025】

よって、その窒化珪素質部材は、高い強度（従って高い耐欠損性）及び高い耐磨耗性を有しており、例えば切削工具として望ましいものである。

尚、焼結時の条件としては、焼結時の最高温度や、焼結時のガス圧（窒素ガス

の圧力)が挙げられる。例えば焼結時の最高温度を高くすることにより、重量変化を大きくすることができ、また、ガス圧を大きくすることにより、重量変化を小さくすることができる。

【0026】

(6) 請求項6の発明は、2～6気圧の加圧窒素雰囲気下にて、1800～1900℃の温度範囲で、60～180分間加熱した後に、1550～1650℃の温度範囲まで降温し、13KPa以下の減圧雰囲気下で、60～180分間保持することを特徴とする前記請求項5に記載の窒化珪素質部材の製造方法を要旨とする。

【0027】

基材の焼結前後の重量変化(例えば揮発率で示される揮発の状態)を制御することは容易ではないが、例えば本発明の方法にて揮発を制御することにより、目的とする窒化珪素質部材を得ることができる。

つまり、本発明の様に、加圧窒素雰囲気下で緻密化させた後に、窒化珪素が分解しない温度まで降温し、減圧雰囲気下で熱処理することにより、窒化珪素を分解させずに、粒界相を適度に揮発させることができる。

【0028】

本発明において、1550～1650℃の温度範囲まで降温するのは、1550℃未満であると十分な揮発が得られず、1650℃を超えると窒化珪素が分解するからである。また、13KPa以下としたのは、13KPaを超えると、(温度によらず)十分な揮発が得られないからである。

【0029】

尚、前記窒化珪素質部材の製造工程としては、脱脂－1次焼結－HIPという工程が挙げられるが、本発明において各温度にて加熱する工程は、この1次焼結に該当するものである。

(7) 請求項7の発明は、前記請求項1～4のいずれかに記載の窒化珪素質部材から構成されたことを特徴とする切削工具を要旨とする。

【0030】

上述した性質を有する窒化珪素質部材を用いて切削工具を製造したものは、耐

磨耗性及び耐欠損性に優れているので、通常の切削だけでなく、より切削負荷の大きい重切削も好適に行うことができる。

・尚、上述した耐磨耗性及び耐欠損性に優れた窒化珪素質部材は、切削工具以外に、例えば自動車エンジン部品等の耐磨耗性部材や、ドリル、エンドミル等の機械工具として用いることができる。

【 0 0 3 1 】

・また、前記窒化珪素質材料としては、例えば α -Si₃N₄などの窒化珪素に、例えばMgO、Al₂O₃、Yb₂O₃、Y₂O₃、ZrO₂、Hf₂O₃、Er₂O₃などの焼結助剤等を添加したものを利用でき、また、サイアロンを利用できる。

・更に、硬質膜の材料である硬質成分としては、Al₂O₃、TiCN、TiN、TiC等利用できる。

【 0 0 3 2 】

・この硬質膜としては、1種類の硬質成分からなる単独の1層、又は（異なる硬質成分又は同一の硬質成分からなる）複数層から形成することができる。

【 0 0 3 3 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の窒化珪素質部材及びその製造方法並びに切削工具の実施の形態の例（実施例）を説明する。

（実施例）

a) まず、本実施例の窒化珪素質部材である切削工具について説明する。

【 0 0 3 4 】

図2に示す様に、本実施例の切削工具1は、ISO規格でSNGN120412の形状、すなわち略正方形の板状のセラミックチップである。

また、この切削工具1は、図3に示す様に、窒化珪素質材料を焼結して形成した基材3の表面に、複数の硬質成分の層からなる厚さ2.0 μ mの硬質膜（コーティング膜）5が被覆されたものである。

【 0 0 3 5 】

特に、本実施例の切削工具1は、基材3の中心部として例えば重心における粒界相量を100体積%とした場合に、基材3の表面（焼結肌）から深さ500 μ

mまでの位置における粒界相量（体積％）が徐々に増加しているという特長がある。具体的には、基材3の表面から深さ100 μ mの位置における粒界相量は30体積％未満であり、深さ200 μ mの位置における粒界相量は30～50体積％であり、深さ300 μ mの位置における粒界相量は50～70体積％であり、深さ400 μ mの位置における粒界相量は70～85体積％であり、深さ500 μ mの位置における粒界相量は85～100体積％の範囲にある。

【0036】

また、硬質膜5を被覆する前の基材3の強度を100％とした場合に、硬質膜を被覆した後の切削工具1の強度が70～95％であり、更に、基材3の焼結前後の重量変化が、1.5～3.5重量％であるという特長がある。

この特長により、本実施例の切削工具1は、高い耐磨耗性と高い強度（従って耐欠損性）を有する。

【0037】

b) 次に、本実施例の切削工具1の製造方法について説明する。

まず、平均粒径1.0 μ m以下の主成分の α -Si₃N₄を97重量％、平均粒径1.0 μ m以下の焼結助剤のMgOを0.5重量％、Al₂O₃を1.0重量％、Yb₂O₃を1.5重量％の割合で秤量する。

【0038】

次に、この秤量した原料を、Si₃N₄製内壁ポット、Si₃N₄製ボールを用いて、エタノール溶媒にて96時間混合してスラリーとする。

次に、このスラリーを325メッシュの篩に通し、エタノールを溶解したマイクロワックス系の有機バイндаを5.0重量％添加しスプレードライする。

【0039】

そして、得られた造粒粉末を、ISO規格でSNGN120412の形状にプレス成形した後に、加熱装置内において1気圧の窒素雰囲気中で600℃にて60分、脱脂を行う。

次に、この脱脂体の一次焼結を、下記の焼結条件にて実施する。

【0040】

具体的には、まず、2～6気圧の加圧窒素雰囲気下にて、1800～1900

℃の温度範囲で、60～180分間加熱し、その後、1550～1650℃の温度範囲まで降温し、13KPa以下の減圧雰囲気下で、60～180分間保持する。

【0041】

つまり、本実施例では、上述した焼結を行う場合に、脱脂体重量と1次焼結後の重量（一次焼結体重量）の差を1次焼結体重量で除した揮発率（即ち1次焼結前後の重量変化）が、1.5～3.5重量%の範囲に収まる様に、焼結条件を調節した。

【0042】

尚、この際に、脱脂体重量及び1次焼結体重量を測定し、1次焼結前後の重量変化を算出した。

次に、HIPにより2次焼結を行う。2次焼結は、1次焼結体を、1000気圧の窒素雰囲気下において、1600～1800℃で120分加熱する。こうして、窒化珪素焼結体を得る。

【0043】

次に、こうして得られた窒化珪素焼結体を、SNGN120412の切削工具の形状（詳しくは切削工具1の基材3の形状）に加工する。

次に、この基材3の表面に、CVD法によって、硬質成分からなる硬質膜（コーティング膜）5を被覆する。

【0044】

具体的には、基材3より、TiCN：0.2μm、Al₂O₃：0.5μm、TiCN：0.2μm、Al₂O₃：0.5μm、TiC：0.2μm、TiCN：0.2μm、TiN：0.2μmの各硬質成分からなる膜を順次形成し、厚さの合計が2.0μmの硬質膜5を基材3の表面に被覆した。

【0045】

これにより、基材3の表面に硬質膜5を有する窒化珪素質部材、即ち本実施例の切削工具1を完成した。

（実験例）

次に、本発明の効果を確認するために行った実験例について説明する。

【 0 0 4 6 】

まず、前記実施例に記載した製造方法により、本発明の範囲の実施例のNo. 3、4、6、9、12～14の試料を作成した。

具体的には、J I S R 1 6 0 1 の 3 点曲げ試験に用いる曲げ試験形状の試料として、硬質膜を被覆しない試料と硬質膜を被覆した試料を、下記表 1 に示す熱処理条件（1 次焼結の焼結条件）にて、それぞれ 1 0 個作成した。更に、耐磨耗性の実験に用いるために、前記実施例 1 と同様な切削工具の試料も、同様にそれぞれ 1 0 個作成した。

【 0 0 4 7 】

一方、本発明の範囲外の比較例として、No. 1、2、5、7、8、10、11、15～17の試料を作成した。

具体的には、前記曲げ試験形状の試料として、硬質膜を被覆しない試料と硬質膜を被覆した試料を、下記表 1 に示す熱処理条件（1 次焼結の焼結条件）にて、それぞれ 1 0 個作成した。更に、耐磨耗性の実験に用いるために、前記と同様にして切削工具の試料も、それぞれ 1 0 個作成した。

【 0 0 4 8 】

①そして、前記実施例及び比較例の各試料を製造する際に、1 次焼結前後の重量変化（揮発率）を測定し、その平均値を求めた。その結果を下記表 2 に記す。

②また、前記実施例及び比較例の各 1 0 個の試料に対して、J I S R 1 6 0 1 に基づき 3 点曲げ試験を行った。そして、各 1 0 個の試料に対しする測定の平均値として、硬質膜の被覆前の試料の曲げ強度 σ_f と、硬質膜の被覆後の試料の曲げ強度 σ_f を算出した。その結果を同じく下記表 2 に示す。

【 0 0 4 9 】

③更に、硬質膜の被覆後強度を被覆前強度で除して百分率とすることで、強度比を求めた。その結果を同じく下記表 2 に示す。

④その上、実施例と比較例の切削工具を用い、刃先に 0. 2 mm×25° の面取り刃先加工を行った後に、下記条件にて切削加工を行った。

【 0 0 5 0 】

<加工条件>

被削材 : J I S F C 2 0 0 (普通鋳鉄)
 切削速度 : 1 0 0 m / m i n
 送り速度 : 0 . 1 m m / r e v
 切り込み深さ : 1 . 0 m m
 切削時間 : 6 0 m i n

そして、切削による逃げ面磨耗量と境界磨耗量を測定した。その結果を同じく下記表 2 に示す。

【 0 0 5 1 】

⑤また、硬質膜を被覆する前の切削工具の試料において、その基材の表面及び中央切断面を、鏡面研磨加工し、走査型電子顕微鏡 (S E M) を用いて、それぞれの位置に関して組織観察を行った。

具体的には、走査型電子顕微鏡にて得られた、基材の表面 (無研磨の焼結体を研磨により深さ $300\mu\text{m}$ を研磨加工除去して表面となった面) における 6000 倍の組織写真 (S E M 写真) (図 4 (a) 参照) と、基材の中央切断面 (詳しくは重心を通る切断面) における 60000 倍の組織写真 (図 4 (b)) 参照を用い、その画像分析から粒界相量の測定を行った。

【 0 0 5 2 】

尚、前記基材の表面とは、焼結体を研磨加工してできたチップの表面をいう。通常、 $200\sim300\mu\text{m}$ を研磨除去した面をいう。

つまり、基材の表面部の粒界相量としては、基材の表面から深さ $300\mu\text{m}$ の位置を中心とした半径 $1.5\mu\text{m}$ の範囲内における粒界相の割合を、前記基材の表面の S E M 写真の画像から求め、且つ、基材の中心部の粒界相量としては、基材の重心から半径 $1.5\mu\text{m}$ の範囲における粒界相の割合を、前記基材の中心切断面の S E M 写真の画像から求めた。そして、基材の表面部の粒界相量を基材の中心部の粒界相量で除して百分率とすることで、表面粒界相量 (深さ $300\mu\text{m}$ の粒界相量) を算出した。その結果を同じく下記表 2 に記す。

【 0 0 5 3 】

【表 1】

	試料 No	熱処理条件		
		温度 [℃]	時間 [min]	圧力 [KPa]
比較	1	1 5 0 0	1 8 0	6 . 5
	2		2 4 0	
実施	3	1 5 5 0	6 0	1 3
	4			
比較	5			2 6
実施	6	1 6 0 0	1 8 0	6 . 5
比較	7		2 4 0	
	8		3 0	
実施	9		1 2 0	
比較	10	1 6 5 0	2 4 0	1 3
	11		3 0	
実施	12		6 0	
	13		1 8 0	
比較	14	1 7 0 0	3 0	2 6
	15			1 3
	16			2 6
	17		6 0	

【 0 0 5 4 】

【表 2】

	試料 No	揮発率 [重量%]	深さ300 μ mの 粒界相量 [体積%]	曲げ強度 σ_f [MPa]			逃げ面 磨耗量 [mm]	境界 磨耗量 [mm]
				被覆前	被覆後	強度比		
比較	1	1	90	1295	1225	94.6	0.35	0.31
	2	1.1	89	1290	1189	92.2	0.35	0.39
実施	3	1.6	69	1283	1210	94.3	0.20	0.20
	4	1.5	70	1300	1235	95	0.20	0.22
比較	5	1.3	80	1277	1184	92.7	0.34	0.35
実施	6	2.2	63	1287	1158	90	0.17	0.17
比較	7	3.7	48	959	532	55.5	0.12	0.11
	8	1.3	80	1288	1224	95	0.33	0.35
実施	9	3.1	53	1244	1009	81.1	0.15	0.16
比較	10	4	40	915	502	54.9	0.13	0.13
	11	1.3	81	1285	1199	93.3	0.32	0.33
実施	12	2.5	58	1281	1136	88.7	0.17	0.18
	13	3.4	52	1235	909	73.6	0.13	0.12
	14	3.5	50	1223	856	70	0.13	0.15
比較	15	1.3	86	1307	1191	91.1	0.33	0.4
	16	4	42	901	462	51.3	0.13	0.18
	17	窒化珪素 分解	評価不可能					

【0055】

c) 前記表1及び表2から明らかな様に、本発明の範囲の実施例のNo. 3、4、6、9、12～14の試料は、揮発率が1.5～3.5重量%の範囲であり、しかも、表面粒界相量が50～70体積%の範囲である。

それにより、強度比は70以上であり、硬質膜の被覆後の強度低下が少なく、また、逃げ面磨耗量が0.2mm以下で且つ境界磨耗量が0.22mm以下と少ないことが分かる。従って、本実施例の切削工具は、耐欠損性及び耐磨耗性に優れており、通常の切削だけでなく例えば重切削にも好適である。

【0056】

それに対して、比較例のNo. 1、2、5、8、11、15の試料は、それぞれ、揮発率が1、1.1、1.3、1.3、1.3、1.3重量%で、表面粒界相量が90、89、80、80、81、86体積%である。

それにより、強度比は94.6、92.2、92.7、95、93.3、91.1と高いが、逃げ面磨耗量が0.35、0.35、0.34、0.33、0.32、0.33mmで且つ境界磨耗量が0.31、0.39、0.35、0.35、0.33、0.4mmと大きいことが分かる。従って、この比較例の切削工具は、耐磨耗性が低く十分ではない。

【0057】

また、比較例のNo. 7、10、16の試料は、それぞれ、揮発率が3.7、4、4重量%で、表面粒界相量が48、40、42体積%である。

それにより、逃げ面磨耗量が0.12、0.13、0.13mmで且つ境界磨耗量が0.11、0.13、0.18mmと小さいが、強度比は55.5、54.9、51.3と低いことが分かる。従って、この比較例の切削工具は、曲げ強度が低いため、耐欠損性が低下する。

【0058】

更に、比較例のNo. 17の試料は、加熱温度が高く、窒化珪素が分解してしまい、評価は不可能であった。

尚、本発明は前記実施例になんら限定されるものではなく、本発明の範囲を逸脱しない範囲において種々の態様で実施しうることはいうまでもない。

【0059】

例えば本発明は、前記四角形の板状の切削工具だけでなく、例えば三角形の板状の切削工具などにも適用することができる。

【0060】

【発明の効果】

以上詳述した様に、本発明の窒化珪素質部材は、硬質膜を被覆しても強度低下がわずかであり、よって高い耐磨耗性及び高い耐欠損性を備えている。

また、本発明の窒化珪素質部材の製造方法により、高い耐磨耗性及び高い耐欠損性を備えた窒化珪素質部材を容易に製造することができる。

【 0 0 6 1 】

従って、この様な窒化珪素質部材からなる切削工具は、高負荷な使用条件において、高寿命を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 窒化珪素質部材の内部の構造を模式的に示す説明図である。

【図 2】 実施例の切削工具を示す斜視図である。

【図 3】 実施例の切削工具の断面を拡大して示す説明図である。

【図 4】 実施例の切削工具を示し、（a）はその基材の表面の走査電子顕微鏡写真、（b）はその基材の中心の走査電子顕微鏡写真である。

【符号の説明】

1 … 切削工具

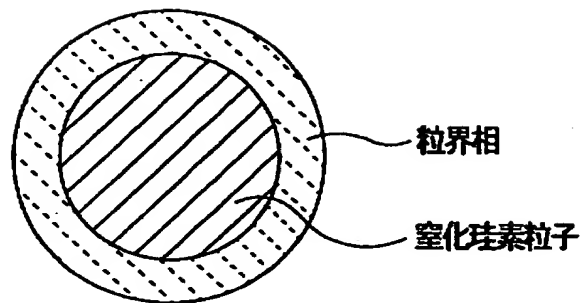
3 … 基材

5 … 硬質膜

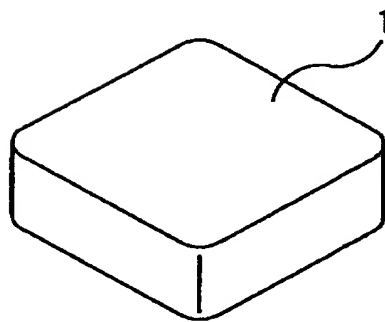
【書類名】

図面

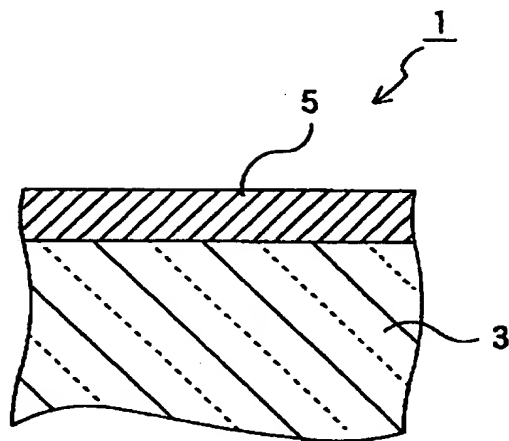
【図 1】



【図 2】



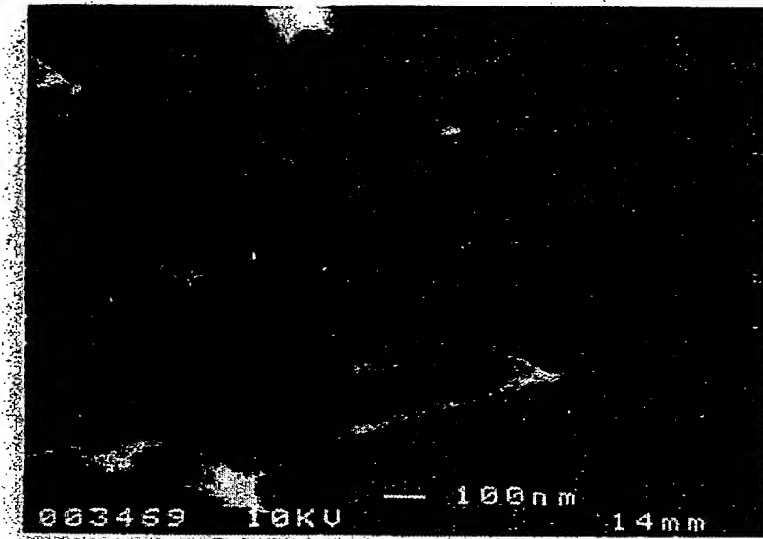
【図 3】



【図4】

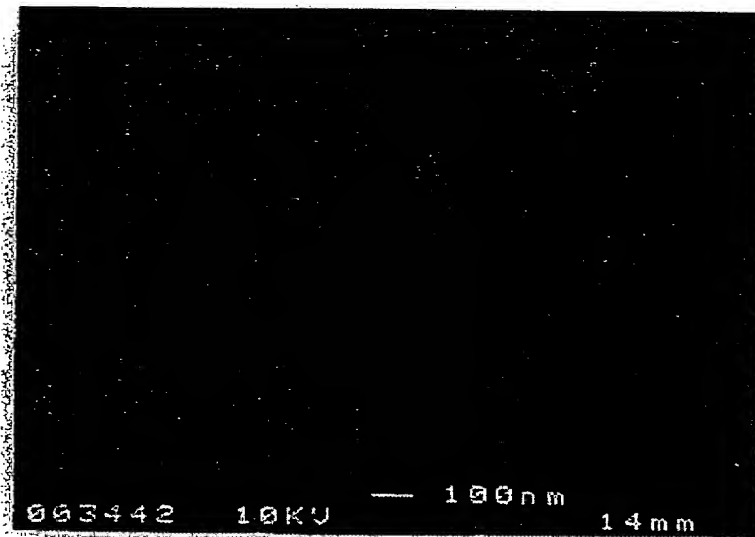
(a)

表面



(b)

中心



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 基材に硬質膜を被覆した場合でも強度低下が少なく、耐欠損性及び耐摩耗性に優れた窒化珪素質部材及びその製造方法並びに切削工具を提供すること。

【解決手段】 切削工具 1 は、窒化珪素質材料からなる基材 3 の表面に、複数の硬質成分による層からなる硬質膜 5 が被覆されたものである。この切削工具 1 は、基材 3 の中心部（例えば重心）の粒界相量を 1 0 0 体積%とした場合に、基材 3 の表面から深さ 3 0 0 μ m の位置の粒界相量が 5 0 ～ 7 0 体積%であり、また、硬質膜 5 を被覆する前の強度を 1 0 0 %とした場合に、硬質膜 5 を被覆した後の強度が 7 0 ～ 9 5 %であり、更に、基材 3 の焼結前後の重量変化が、1.5 ～ 3.5 重量%である。

【選択図】 図 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004547]

1. 変更年月日 1990年 8月 8日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

氏 名 日本特殊陶業株式会社